

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 20 DEC. 2004

**DOCUMENT DE PRIORITÉ**

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint-Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr





26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

N° 11354\*03

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/3

BR1

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 540 011 / 210502

<b>REMISE DES PIÈCES</b> DATE <b>75 INPI PARIS 34 SP</b> LIEU <b>0315260</b> N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI <b>23 DEC. 2003</b>		<b>1</b> NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE  CABINET JOLLY 54, Rue de Clichy 75009 PARIS	
Vos références pour ce dossier (facultatif) 37 246/1511/BP/DM			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b>		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale		N° _____ Date _____	
ou demande de certificat d'utilité initiale		N° _____ Date _____	
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>		<input type="checkbox"/> N° _____ Date _____	
<b>3 TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)  Procédé et dispositif de suivi de la dilution de l'huile lubrifiante par le carburant dans un moteur à combustion interne.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR</b> (Cochez l'une des 2 cases)		<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique	
Nom ou dénomination sociale		TOTAL FRANCE	
Prénoms			
Forme juridique		SOCIÉTÉ ANONYME	
N° SIREN		_____	
Code APE-NAF		_____	
Domicile ou siège	Rue	TOUR TOTAL 24, Cours Michelet	
	Code postal et ville	92 800 PUTEAUX	
	Pays	FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone (facultatif)		N° de télécopie (facultatif)	
Adresse électronique (facultatif)			
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			

Remplir impérativement la 2<sup>ème</sup> page



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

N° 11354\*03

## REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

Page suite N° 2<sup>3</sup>...



REMISE DES PIÈCES  
DATE 23 DEC 2003  
LIEU 75 INPI PARIS 34 SP  
N° D'ENREGISTREMENT 0315260  
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 829 @ W / 010702

<b>Vos références pour ce dossier (facultatif)</b>		37 246/1511/BP/DM	
<input checked="" type="checkbox"/> <b>DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation	N°
		Date	
		Pays ou organisation	N°
		Date	
		Pays ou organisation	N°
		Date	
<b>DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input checked="" type="checkbox"/> <b>Personne morale</b> <input type="checkbox"/> <b>Personne physique</b>	
Nom ou dénomination sociale		DELTA SERVICES INDUSTRIELS Sprl	
Prénoms			
Forme juridique		SOCIETE DITE	
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Domicile ou siège	Rue	54, Résidence des Mottes	
	Code postal et ville	B 7 1 5 1 0 1 3 FROYENNES	
	Pays	BELGIQUE	
Nationalité		Belge	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			
<b>DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</b>		<input type="checkbox"/> <b>Personne morale</b> <input type="checkbox"/> <b>Personne physique</b>	
Nom ou dénomination sociale			
Prénoms			
Forme juridique			
N° SIREN			
Code APE-NAF			
Domicile ou siège	Rue		
	Code postal et ville		
	Pays		
Nationalité			
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			
<input checked="" type="checkbox"/> <b>SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>		<b>Jean-Pierre JOLLY</b> C.P.I N° 92.1122	
		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.  
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI



# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE  
page 3/3

BR2

REMISE DES PIÈCES DATE 75 INPI PARIS 34 5P LIEU N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI 0315260	DB 540 W / 210502
<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b> Nom Prénom Cabinet ou Société N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel Adresse Rue Code postal et ville Pays N° de téléphone (facultatif) N° de télécopie (facultatif) Adresse électronique (facultatif)		CABINET JOLLY 54, Rue de Clichy 75 010 PARIS FRANCE	
<b>7 INVENTEUR (S)</b> Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b> Établissement immédiat ou établissement différé		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) <input checked="" type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG	
<b>10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS</b> Le support électronique de données est joint La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
<b>11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	
Jean-Pierre JOLLY C.P. N° 92.1122			

**PROCEDE ET DISPOSITIF DE SUIVI DE LA DILUTION DE  
L'HUILE LUBRIFIANTE PAR LE CARBURANT DANS UN MOTEUR A  
COMBUSTION INTERNE**

5           La présente invention concerne un procédé de détermination du  
taux de dilution de l'huile de lubrification d'un moteur à combustion  
interne par le carburant, par mesure de la radioactivité d'un traceur  
radioactif introduit dans l'huile de lubrification ou dans le carburant,  
ainsi qu'un dispositif tel qu'un banc d'essai d'un moteur à combustion  
10 interne, permettant de mettre en œuvre ce procédé.

On sait l'importance que présente aussi bien pour les fabricants  
d'automobiles que pour les producteurs d'huiles lubrifiantes et/ou  
d'additifs fonctionnels pour huiles moteurs la connaissance précise des  
phénomènes de dilution des lubrifiants par les carburants au sein des  
15 nouvelles générations de moteurs à injection directe, notamment ceux à  
allumage commandé ou à allumage par compression.

Ainsi, dans un moteur à allumage par compression, appelé  
communément moteur diesel, le principe d'alimentation en carburant  
par injection directe au sein de la chambre de combustion est à l'origine  
20 d'un transfert d'une partie du carburant vers le bas moteur où il se  
mélange à l'huile lubrifiante.

Ce transfert de carburant vers le système de lubrification du  
moteur est encore accentué pour les moteurs équipés de systèmes de  
post-traitement des gaz d'échappement, tels que des filtres à particules  
25 ou des pots catalytiques. En effet, dans les moteurs équipés de tels  
systèmes de post-traitement, des injections supplémentaires de  
carburant peuvent être réalisées au niveau des chambres de  
combustion à un moment où le carburant n'y sera pas brûlé mais  
envoyé vers la ligne d'échappement où il servira pour régénérer les  
30 systèmes de post-traitement des gaz d'échappement, par exemple pour  
la combustion des suies accumulées dans les filtres à particules ou  
pour modifier l'état d'oxydation du milieu à l'intérieur du système  
catalyseur. Le taux de dilution de l'huile lubrifiante par le carburant  
peut ainsi atteindre des valeurs de 10% en volume et plus.

35           L'introduction de carburant dans le circuit d'huile de lubrification  
a pour conséquence, d'une part, la dégradation des caractéristiques du  
lubrifiant, par exemple une réduction de sa viscosité, une dilution des

additifs, et, d'autre part, une augmentation du volume présent au sein du carter d'huile. Il en résulte une altération du fonctionnement du moteur qui se manifeste par une pression d'huile réduite et une consommation d'huile anormalement élevée et aboutit, à terme, à une usure accrue des pièces mécaniques, voire même à la casse du moteur.

Or, l'utilisation de systèmes de post-traitement des gaz d'échappement tend à se généraliser en raison des normes anti-pollution de plus en plus sévères et la résolution du problème de dilution de l'huile de lubrification évoqué ci-dessus constitue par conséquent un défi important pour l'industrie automobile.

Les constructeurs automobiles doivent et devront donc réaliser de nombreux essais pour mettre au point des moteurs présentant une dilution contrôlée et si possible minimale de l'huile de lubrification par le carburant injecté au niveau des chambres de combustion.

Il existe un certain nombre de techniques telles que la chromatographie gazeuse sur colonne remplie ou capillaire permettant de doser la quantité de carburant dans des échantillons d'huile prélevés au sein d'un moteur sur un banc d'essai. Ces techniques d'analyse sont toutefois discontinues, relativement complexes, consomment l'échantillon d'huile analysé qui ne pourra plus être réintroduit dans le circuit de lubrification et demandent un temps d'analyse relativement long.

La Demanderesse a mis au point une méthode d'évaluation de la dilution de l'huile de lubrification par le carburant qui est relativement plus simple et plus rapide que les techniques connues, ne consomme pas l'échantillon analysé et qui peut fonctionner en continu de manière à fournir quasiment en temps réel le taux de dilution de l'huile de lubrification par le carburant.

Ce procédé d'analyse est basé sur la mesure de la radioactivité d'un échantillon d'huile, cette radioactivité étant introduite dans le système sous forme d'un traceur radioactif présent soit dans l'huile de lubrification dont il s'agit d'analyser la dilution, soit dans le diluant, à savoir le carburant alimentant le moteur. Dans certaines conditions, cette radioactivité reflète en effet parfaitement la quantité d'huile de lubrification ou la quantité de carburant dans l'échantillon d'huile analysé et permet par conséquent, grâce à un calcul simple réalisé par

ordinateur, d'obtenir directement le taux de dilution de l'huile par le carburant.

La présente invention a donc pour objet un procédé de détermination du taux de dilution de l'huile de lubrification d'un moteur à combustion interne par le carburant, caractérisé par le fait que

5       \* l'on marque avec un traceur radioactif soit l'huile de lubrification soit le carburant,

      \* que l'on mesure, à l'aide d'un détecteur sensible au rayonnement radioactif émis par le traceur radioactif, la radioactivité d'un échantillon d'huile, et

10       \* que l'on transmet les résultats de ces mesures vers un ordinateur qui calcule à partir de ces résultats le taux de dilution de l'huile de lubrification par le carburant.

L'invention a également pour objet un dispositif permettant de mettre en œuvre un tel procédé d'analyse, en particulier un banc d'essai d'un moteur à combustion interne, comprenant

15       \* un moteur à combustion interne, lubrifié par une huile de lubrification et alimenté par un mélange air/carburant, soit l'huile de lubrification soit le carburant contenant un traceur radioactif,

20       \* un moyen permettant le prélèvement temporaire et la réinjection, en continu ou discontinu, d'un échantillon d'huile du circuit d'huile du moteur,

      \* à proximité immédiate de ce moyen de prélèvement temporaire et de réinjection, un détecteur sensible au rayonnement radioactif émis par le traceur radioactif présent dans l'échantillon d'huile, et

25       \* relié audit détecteur, un ordinateur programmé pour calculer, à partir des résultats des mesures de radioactivité de l'échantillon d'huile, fournis par ledit détecteur, le taux de dilution de l'huile de lubrification par le carburant.

30       Pour décrire plus en détail le procédé et le dispositif de la présente invention, on utilisera par la suite de manière parfaitement équivalente les termes « huile lubrifiante », « huile de lubrification » ou « lubrifiant » pour désigner l'huile non diluée ou la fraction d'huile dans le mélange

35       huile/carburant qu'il s'agit d'analyser. Par contre, le terme « échantillon d'huile » est utilisé systématiquement pour désigner l'échantillon dérivé ou prélevé provisoirement dont on mesure la radioactivité. Au début de



l'essai moteur, cet « échantillon d'huile » est bien entendu constitué exclusivement de lubrifiant et ne contient pas encore de carburant.

5 Il convient de noter en outre que le terme « huile de lubrification » ou un de ses équivalents, désigne le produit lubrifiant final, c'est-à-dire la base lubrifiante contenant l'ensemble des additifs fonctionnels éventuellement présents et éventuellement le traceur radioactif qui, comme on verra ci-après, peut être un de ces additifs fonctionnels.

10 Le procédé de détermination du taux de dilution de l'huile lubrifiante dans un moteur par le carburant ne peut pas être mis en œuvre avec n'importe quel traceur radioactif. Celui-ci doit remplir notamment les conditions énoncées dans les paragraphes ci-après.

15 Le radiotraceur ne doit pas perturber le fonctionnement du moteur ou modifier de manière gênante les propriétés physico-chimiques de l'huile de lubrification ou du carburant. Pour cela il doit notamment soit être chimiquement inerte vis-à-vis des composants de ceux-ci, soit avoir une fonction similaire à celle d'un de leurs constituants (par exemple un additif fonctionnel) et se substituer partiellement ou totalement à celui-ci.

20 Le radiotraceur doit avoir une radioactivité suffisante pour permettre des mesures précises et reproductibles. Le choix du radiotraceur est lié notamment à la quantité d'échantillon d'huile prélevée et à la sensibilité du détecteur utilisé. En d'autres termes, si le détecteur est peu sensible, la radioactivité de l'échantillon d'huile doit être élevée (radioactivité forte du radiotraceur ou concentration élevée d'un radiotraceur de radioactivité relativement faible). Par contre, si le  
25 détecteur utilisé a une sensibilité élevée, la radioactivité de l'échantillon d'huile peut être relativement plus faible.

30 Enfin, le radiotraceur doit être sélectionné de manière à ce que sa quantité en circulation dans le circuit d'huile du moteur soit, sur toute la durée du procédé, directement proportionnelle soit à la quantité d'huile de lubrification soit à la quantité de carburant en circulation dans le circuit d'huile du moteur.

35 Cette proportionnalité dépend des propriétés physico-chimiques du traceur radioactif et de celles du milieu liquide (huile lubrifiante ou carburant) dans lequel il est introduit initialement. En effet, pour refléter à tout moment la quantité d'huile lubrifiante ou la quantité de carburant dans l'échantillon d'huile (mélange huile/carburant), le

traceur radioactif ne doit ni s'accumuler dans le mélange lorsque l'huile ou le carburant sont consommés, ni se consommer plus rapidement que ceux-ci, par exemple par évaporation, combustion ou décomposition thermique, ni être piégé en un endroit quelconque du moteur, tel que le filtre à huile.

5 A la lumière de ce qui précède, l'homme du métier choisira le radiotraceur tel que ses propriétés physico-chimiques (volatilité, stabilité thermique, réactivité chimique) soient en adéquation avec celles du milieu liquide dans lequel il est introduit et dont il doit refléter la quantité. L'homme du métier pourra notamment trouver un traceur  
10 approprié pour un milieu donné en soumettant un mélange traceur/huile lubrifiante ou un mélange traceur/carburant aux conditions de température et de pression qui règnent dans un moteur.

Comme expliqué ci-dessus, le procédé de la présente invention  
15 peut en principe être mis en œuvre soit avec un carburant marqué par un radiotraceur, soit avec une huile de lubrification marquée.

L'utilisation d'un carburant radioactif implique le marquage d'un volume relativement important dudit carburant et la maîtrise du rejet, dans les gaz d'échappement, des produits de combustion du carburant  
20 incluant le radiotraceur.

Dans le cas de l'utilisation d'un lubrifiant radioactif, le volume est inférieur, les rejets éventuels dans les gaz d'échappement sont très limités et dépendent de la consommation d'huile.

Dans la suite de la description, le procédé de l'invention est  
25 expliqué plus en détail pour le mode de réalisation où l'huile de lubrification contient le traceur radioactif initialement introduit.

Les détecteurs utilisables sont des sondes de détection de rayonnements ionisants (rayons bêta, X ou gamma) pouvant être soit de type scintillateur liquide ou solide (cristal iodure de sodium NaI(Tl),  
30 cristal BGO), soit de type semi-conducteur (cristal germanium, cristal CZT). On notera en outre que le détecteur peut déceler simultanément la présence de divers radiotraceurs. Lorsque la radioactivité de l'échantillon d'huile est élevée (radioactivité forte du radiotraceur ou une concentration élevée d'un radiotraceur de radioactivité faible), le  
35 détecteur ne nécessitera pas une sensibilité élevée. Par contre, lorsque la radioactivité de l'échantillon d'huile n'est pas élevée, le détecteur nécessitera une sensibilité plus élevée. Préférentiellement, et afin de

limiter la quantité de radiotraceurs mis en œuvre, on utilisera de préférence une sonde de mesure dont l'efficacité de détection est élevée, par exemple un cristal de type iodure de sodium de 3 x 3 pouces.

5 Ce type de détecteur peut exister sous forme compacte permettant la possibilité d'un dispositif embarqué sur véhicule.

En général, il est nécessaire d'amener un échantillon d'huile du circuit d'huile du moteur à tester vers une chambre de mesure de volume fixe qui se trouve dans le détecteur ou est située à proximité de celui-ci. Ce « prélèvement temporaire » suivi de la réintroduction de cet échantillon dans le circuit d'huile se fait de préférence par une dérivation. Pour des raisons pratiques relatives à la régulation du moteur, cette dérivation est de préférence située dans une zone du circuit d'huile qui est sous une pression d'huile faible, voire nulle.

15 Les signaux détectés par le détecteur sont ensuite traités par une série de moyens permettant de calculer le taux de dilution de l'huile lubrifiante par le carburant. Ces moyens comprennent notamment un moyen de traitement du signal détecté (par exemple un amplificateur, un filtre et un convertisseur analogique/numérique CAD), un moyen de traitement d'impulsions (par exemple un analyseur multi-canaux) et un moyen de stockage et de traitement des données acquises (par exemple un ordinateur PC).

La dérivation de l'échantillon d'huile, la mesure de la radioactivité de l'échantillon dérivé et le traitement des résultats se font de préférence en continu.

25 Le traceur radioactif utilisable dans la présente invention peut être soit un composé organique ou minéral d'un élément radioactif (radionucléide) soit l'élément radioactif lui-même qui est alors sous forme élémentaire. Toutefois, compte tenu des considérations ci-dessus concernant les propriétés physico-chimiques du traceur radioactif par rapport à celles de l'huile de lubrification, les formes moléculaires, organiques ou minérales, en particulier organiques, de radiotraceurs sont préférées par rapport aux formes élémentaires des radionucléides.

30 Le radiotraceur est donc choisi parmi les composés organiques ou minéraux ou les éléments remplissant les conditions indiquées précédemment (e.g.: caractère inerte vis-à-vis du lubrifiant ou substitution à l'un des composants du lubrifiant, radioactivité suffisante et proportionnalité huile/traceur). Toutefois, pour des raisons

évidentes de manipulation et de protection de l'environnement, on choisira de préférence des traceurs contenant des radionucléides ayant une courte période, ou demi-vie, de préférence une période inférieure à 3 ans, en particulier inférieure à 1 an et encore plus préférentiellement inférieure à 30 jours. De cette manière, on évitera la production de déchets radioactifs à longue demi-vie.

Il est préférable que la période du radionucléide soit égale ou supérieure à la durée prévue de l'essai. L'ordinateur, grâce à la loi de décroissance radioactive pourra corriger facilement la valeur mesurée.

On peut citer à titre d'exemples de radionucléides ayant une période (indiquée entre parenthèses) appropriée : le  $^{22}\text{Na}$  (2,61 ans), le  $^{65}\text{Zn}$  (243,8 jours), le  $^{45}\text{Ca}$  (165 jours), le  $^{35}\text{S}$  (87,2 jours), le  $^{32}\text{P}$  (14,3 jours), le  $^{47}\text{Ca}$  (4,54 jours), le  $^{99}\text{Mo}$  (65,9 heures), le  $^{82}\text{Br}$  (35,3 heures), le  $^{64}\text{Cu}$  (12,7 heures), le  $^{99\text{m}}\text{Tc}$  (6,01 heures), le  $^{28}\text{Mg}$  (20,91), le  $^{68}\text{Ge}$  (270,95 jours), le  $^{69}\text{Ge}$  (39h), le  $^{77}\text{Ge}$  (11,30 heures), le  $^{85}\text{Sr}$  (64,8 jours) et le  $^{56}\text{Co}$  (77,3 jours).

Ces radiotraceurs sont en général produits artificiellement par réactions nucléaires, notamment par réaction d'activation. Cette activation se fait selon des méthodes familières à l'homme du métier, par exemple par exposition des éléments inactifs ou composés contenant lesdits éléments inactifs à une source de rayonnement neutronique, ou encore par exposition à un faisceau d'ions accélérés provenant d'un accélérateur de particules.

Selon les cas, les éléments inactifs ou composés contenant lesdits éléments inactifs sont activés soit avant leur incorporation dans l'huile de lubrification ou dans le carburant, soit au sein même de l'huile ou du carburant, c'est-à-dire en exposant l'huile ou le carburant contenant l'élément ou composé activable par exemple à un rayonnement neutronique ou à un faisceau de protons.

Une des options possibles pour obtenir des radionucléides artificiels est d'incorporer les éléments inactifs ou composés contenant lesdits éléments inactifs dans une quantité appropriée d'un vecteur (par exemple un solvant ou diluant tel qu'une huile), puis de soumettre ce mélange à l'activation et enfin de l'ajouter à l'huile lubrifiante ou au carburant.

Les radiotraceurs peuvent être des additifs utilisés habituellement dans les huiles de lubrification ou dans les carburants, tels que des

agents anti-corrosion, des agents anti-oxydants, des agents modifiant la viscosité, des additifs lubrifiants, des colorants, des additifs abaissant le point d'écoulement, des additifs détergents ou dispersants. On peut citer à titre d'exemples de tels radiotraceurs fonctionnant comme un additif fonctionnel, le dithiophosphate de zinc, les sulfonates de calcium ou de magnésium, tels que les alkylsulfonates, arylsulfonates ou alkylarylsulfonates de calcium ou de magnésium, les phénates de calcium, les phénates de magnésium, les salicylates de calcium, les salicylates de magnésium.

Cependant, l'utilisation de radiotraceurs qui n'ont aucune fonction physique ou chimique dans le système de lubrification du moteur est toute aussi appropriée.

La Demanderesse a constaté que les traceurs radioactifs particulièrement intéressants pour une introduction dans l'huile de lubrification sont certains composés du germanium-69. Ces composés sont choisis par exemple parmi les tétra-alkylgermanes. Le point d'ébullition de ces tétra-alkylgermanes étant proportionnel à la longueur des chaînes alkyle, on utilisera avantageusement un mélange de tétraalkylgermanes ayant des chaînes alkyle telles que le point d'ébullition du mélange est situé dans l'intervalle de distillation de l'huile utilisée. A titre d'exemples, le tétrahexylgermane, le tétraheptylgermane et le tétraoctylgermane ont chacun un point d'ébullition comparable à celui d'un lubrifiant moteur classique.

#### Exemple 1

##### Suivi en continu du taux de dilution d'une huile lubrifiante par du gazole dans un circuit d'huile fermé

La figure 1 illustre le dispositif expérimental ayant servi à réaliser cet exemple. On fait circuler en circuit fermé, à l'aide d'une pompe (2) dont le débit est de 3 litres/min, un volume de 5,5 litres d'une huile lubrifiante de type minérale 15W40 (marque TOTAL). Celle-ci contient un traceur radioactif. Le traceur utilisé dans cet exemple est du  $^{99m}\text{Tc}$  sous forme de pertechnétate de sodium  $\text{Na}^{99m}\text{TcO}_4$  en solution aqueuse. Les caractéristiques de ce traceur radioactif sont les suivantes : émission gamma à 140 keV, intensité d'émission de 89 % et demi-vie de 6 heures. Afin de faciliter l'incorporation de la solution aqueuse dans

l'huile lubrifiante, un dispersant d'eau commercialisé sous la marque « Bardahl Dispersant d'eau » est utilisé.

5 Le circuit fermé comprend, en série, un réservoir d'huile (1) ajustable en température simulant le carter du moteur à combustion interne et un cylindre à double paroi (3) d'une capacité de 1 litre constituant la chambre d'analyse, ce volume étant celui de l'échantillon d'huile prélevé. La température de l'huile est maintenue à 70°C. Au  
10 centre de la chambre d'analyse est placé un détecteur (4) standard à iodure de sodium NaI(Tl) de 7,62 X 7,62 cm, soit 3 X 3 pouces, avec photomultiplicateur intégré, dont la température est stabilisée à 30°C par un groupe thermostatique (5). Le détecteur, qui est sensible au rayonnement gamma de 140 keV émis par le radiotraceur, est relié à un système d'acquisition et de traitement de données (6) constitué d'un préamplificateur de charge modèle 2007P de marque Canberra, d'un  
15 amplificateur de spectroscopie 2020 de marque Canberra, d'un convertisseur ADC modèle 8087 de marque Canberra et d'une carte multicanaux modèle S100 de marque Canberra également. Le logiciel mis en œuvre dans cet exemple se nomme "IDSWear" et est commercialisé par la société Atlantic Nuclear Services (ANS) basée au  
20 Canada. Ce logiciel permet de suivre l'évolution temporelle du taux de comptage du détecteur dans une fenêtre d'énergie qui s'étend de 100 keV à 180 keV dans laquelle se situe le signal caractéristique du  $^{99m}\text{Tc}$ .

En marquant les 5,5 litres d'huile de lubrification avec 1 MBq de  $^{99m}\text{Tc}$ , le taux de comptage initial enregistré pour l'huile non-diluée est  
25 de 9020 coups/s, ce qui correspond à l'activité du litre d'huile contenu dans la chambre d'analyse. Après 50 minutes, 95 minutes et 120 minutes, on ajoute respectivement 55 ml de carburant, 200 ml de carburant et de nouveau 200 ml de carburant (gazole au standard européen) au niveau du réservoir d'huile, ce qui correspond à une  
30 dilution de 0,99 % vol, 4,4 % vol et 7,6 % vol.

La figure 2 montre, à la fois, l'évolution en fonction du temps du taux de comptage au niveau de la chambre d'analyse (points gris clair) et de la dilution de l'huile lubrifiante par le gazole dans le mélange  
35 huile/gazole (points noirs). La courbe de dilution est calculée, par le logiciel, à partir des valeurs mesurées du taux de comptage, suivant une règle de proportionnalité : le taux de comptage initial correspond à

une dilution de 0 % vol tandis qu'un taux de comptage nul correspond à une dilution de 100 % vol.

5 Cet exemple montre que le taux de comptage mesuré par le détecteur reflète correctement le taux de dilution imposé par addition de carburant (gazole), aux incertitudes de mesures près.

## REVENDECATIONS

1. Procédé de détermination du taux de dilution de l'huile de  
lubrification d'un moteur à combustion interne par le carburant,  
5 caractérisé par le fait que

- \* l'on marque avec un traceur radioactif soit l'huile de  
lubrification soit le carburant,
- \* que l'on mesure, à l'aide d'un détecteur sensible au  
rayonnement radioactif émis par le traceur radioactif, la radioactivité  
10 d'un échantillon d'huile, et
- \* que l'on transmet les résultats de ces mesures vers un  
ordinateur qui calcule à partir de ces résultats le taux de dilution de  
l'huile de lubrification par le carburant.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que  
15 c'est l'huile de lubrification qui contient le traceur radioactif.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que  
c'est le carburant qui contient le traceur radioactif.

4. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé  
par le fait que l'échantillon d'huile dont on mesure la radioactivité est  
20 amené vers le détecteur puis réinjecté dans le circuit d'huile du moteur  
par une dérivation.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé par le fait que la  
dérivation prélève l'échantillon d'huile au niveau d'une zone du circuit  
d'huile du moteur qui n'est pas sous pression ou sous une faible  
25 pression d'huile.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,  
caractérisé par le fait que le traceur radioactif est un composé  
organique ou minéral d'un élément radioactif, de préférence un  
composé organique d'un élément radioactif.

7. Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé  
par le fait que l'élément radioactif a une période, ou demi-vie, inférieure  
à 3 ans, de préférence inférieure à 1 an, et en particulier inférieure à 30  
30 jours.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé par le fait que  
35 l'élément radioactif est choisi parmi le  $^{22}\text{Na}$ , le  $^{65}\text{Zn}$ , le  $^{45}\text{Ca}$ , le  $^{35}\text{S}$ , le  
 $^{32}\text{P}$ , le  $^{47}\text{Ca}$ , le  $^{99}\text{Mo}$ , le  $^{82}\text{Br}$ , le  $^{64}\text{Cu}$ , le  $^{99\text{m}}\text{Tc}$ , le  $^{28}\text{Mg}$ , le  $^{68}\text{Ge}$ , le  $^{69}\text{Ge}$ , le  
 $^{77}\text{Ge}$ , le  $^{85}\text{Sr}$  et le  $^{56}\text{Co}$ .



9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé par le fait que le radiotraceur est choisi parmi les tétra-alkylgermanes contenant du  $^{69}\text{Ge}$ , de préférence parmi le tétrahexylgermane, le tétraheptylgermane et le tétraoctylgermane, ou un mélange de ceux-ci.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que le détecteur est une sonde de détection de rayonnements ionisants.

11. Dispositif de suivi du taux de dilution de l'huile de lubrification d'un moteur à combustion interne par le carburant, caractérisé par le fait qu'il comprend

- ° un moteur à combustion interne, lubrifié par une huile de lubrification et alimenté par un mélange air/carburant, soit l'huile de lubrification soit le carburant étant marqués par un traceur radioactif,

- ° un moyen permettant le prélèvement temporaire et la réinjection, en continu ou discontinu, d'un échantillon d'huile du circuit d'huile du moteur,

- ° à proximité immédiate de ce moyen de prélèvement temporaire et de réinjection, un détecteur sensible au rayonnement radioactif émis par le traceur radioactif présent dans l'échantillon d'huile, et

- ° relié audit détecteur, un ordinateur programmé pour calculer, à partir des résultats des mesures de radioactivité de l'échantillon d'huile, fournis par ledit détecteur, le taux de dilution de l'huile de lubrification par le carburant.

12. Dispositif selon la revendication 11, caractérisé par le fait que c'est l'huile de lubrification qui contient le traceur radioactif.

13. Dispositif selon la revendication 11, caractérisé par le fait que c'est le carburant qui contient le traceur radioactif.

14. Dispositif selon l'une des revendications 11 et 12, caractérisé par le fait que le moyen permettant le prélèvement temporaire et la réinjection, en continu ou discontinu, d'un échantillon d'huile est une dérivation.

15. Dispositif selon la revendication 14, caractérisé par le fait que la dérivation prélève et réinjecte l'échantillon d'huile au niveau d'une zone du circuit d'huile du moteur qui n'est pas sous pression ou sous une faible pression d'huile.

16. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 11 à 15, caractérisé par le fait que le traceur radioactif est un composé organique ou minéral d'un élément radioactif, de préférence un composé organique d'un élément radioactif.

5 17. Dispositif selon l'une des revendications 11 à 16, caractérisé par le fait que l'élément radioactif a une période, ou demi-vie, inférieure à 3 ans, de préférence inférieure à 1 an, et en particulier inférieure à 30 jours.

10 18. Dispositif selon la revendication 17, caractérisé par le fait que l'élément radioactif est choisi parmi le  $^{22}\text{Na}$ , le  $^{65}\text{Zn}$ , le  $^{45}\text{Ca}$ , le  $^{35}\text{S}$ , le  $^{32}\text{P}$ , le  $^{47}\text{Ca}$ , le  $^{99}\text{Mo}$ , le  $^{82}\text{Br}$ , le  $^{64}\text{Cu}$ , le  $^{99\text{m}}\text{Tc}$ , le  $^{28}\text{Mg}$ , le  $^{68}\text{Ge}$ , le  $^{69}\text{Ge}$ , le  $^{77}\text{Ge}$ , le  $^{85}\text{Sr}$  et le  $^{56}\text{Co}$ .

15 19. Dispositif selon la revendication 18, caractérisé par le fait que le radiotraceur est choisi parmi les tétra-alkylgermanes contenant du  $^{69}\text{Ge}$ , de préférence parmi le tétrahexylgermane, le tétraheptylgermane et le tétraoctylgermane, ou un mélange de ceux-ci.

20. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 11 à 19, caractérisé par le fait que le détecteur est une sonde de détection de rayonnements ionisants.

1/2

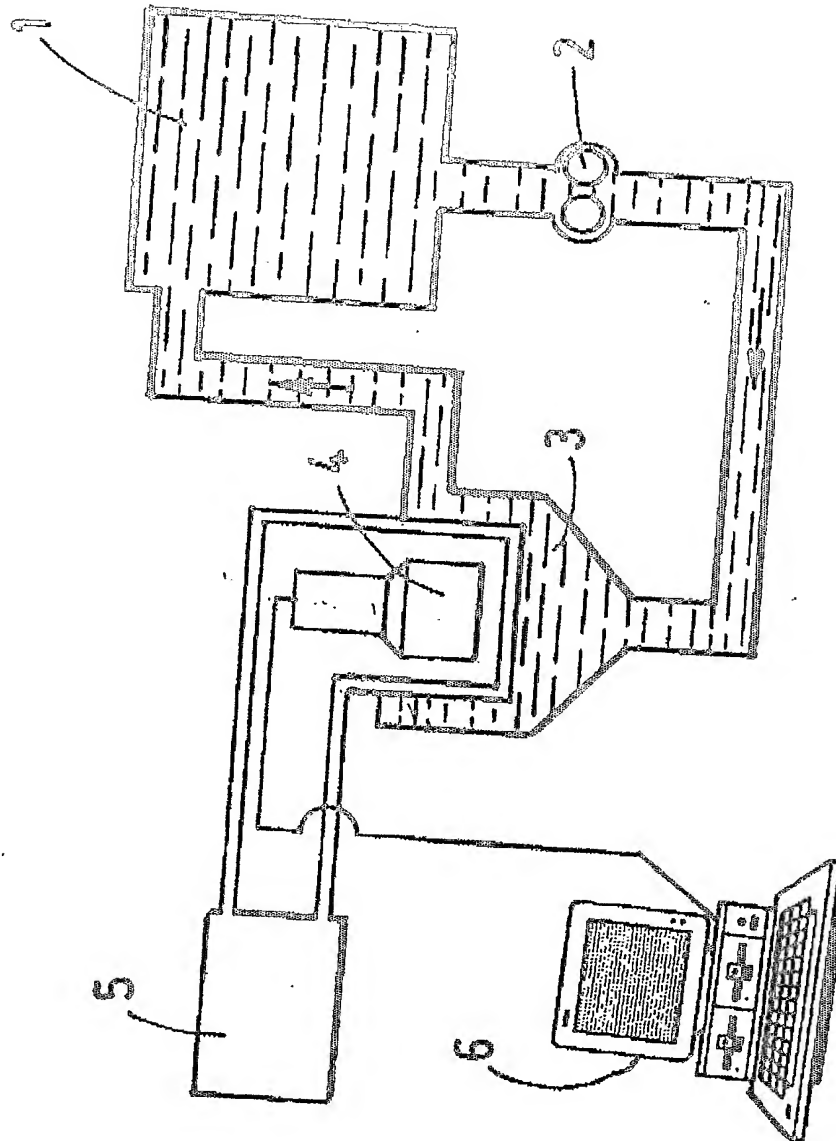


FIG.1

1/2

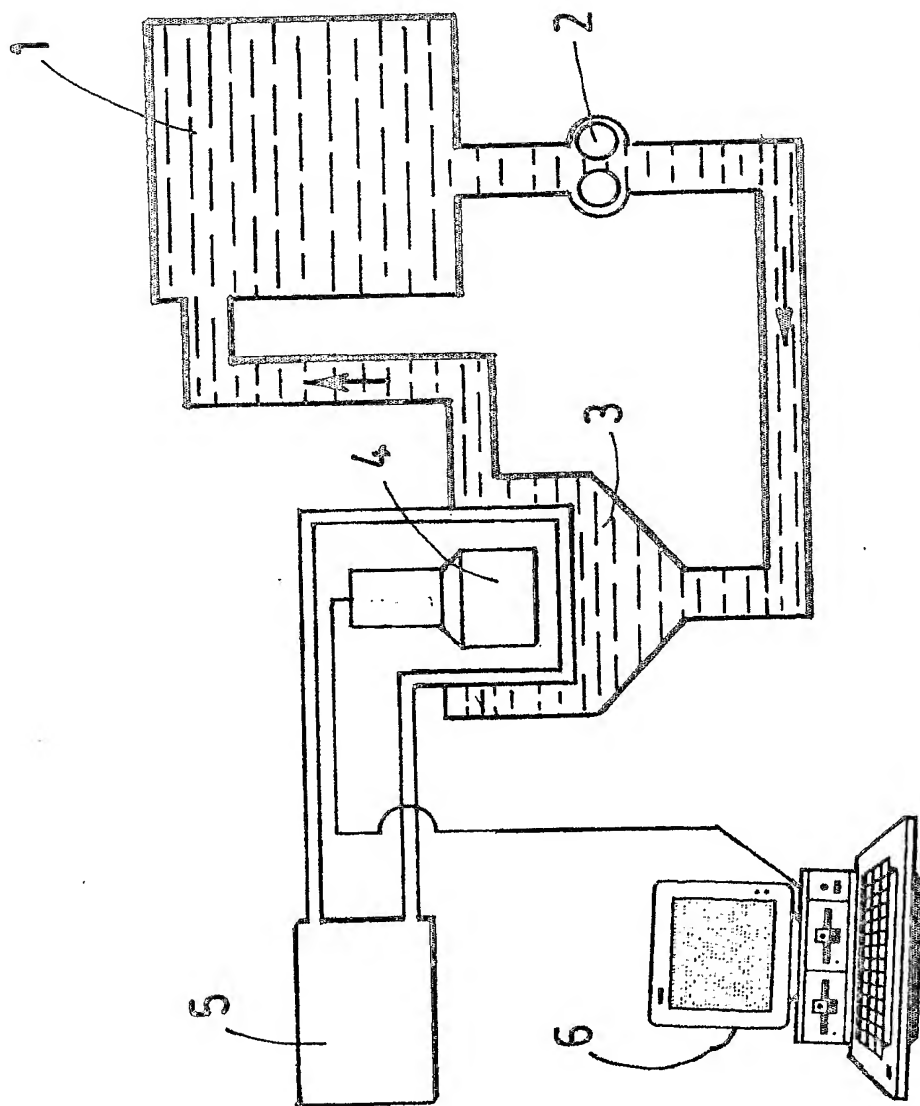


FIG.1

2/2

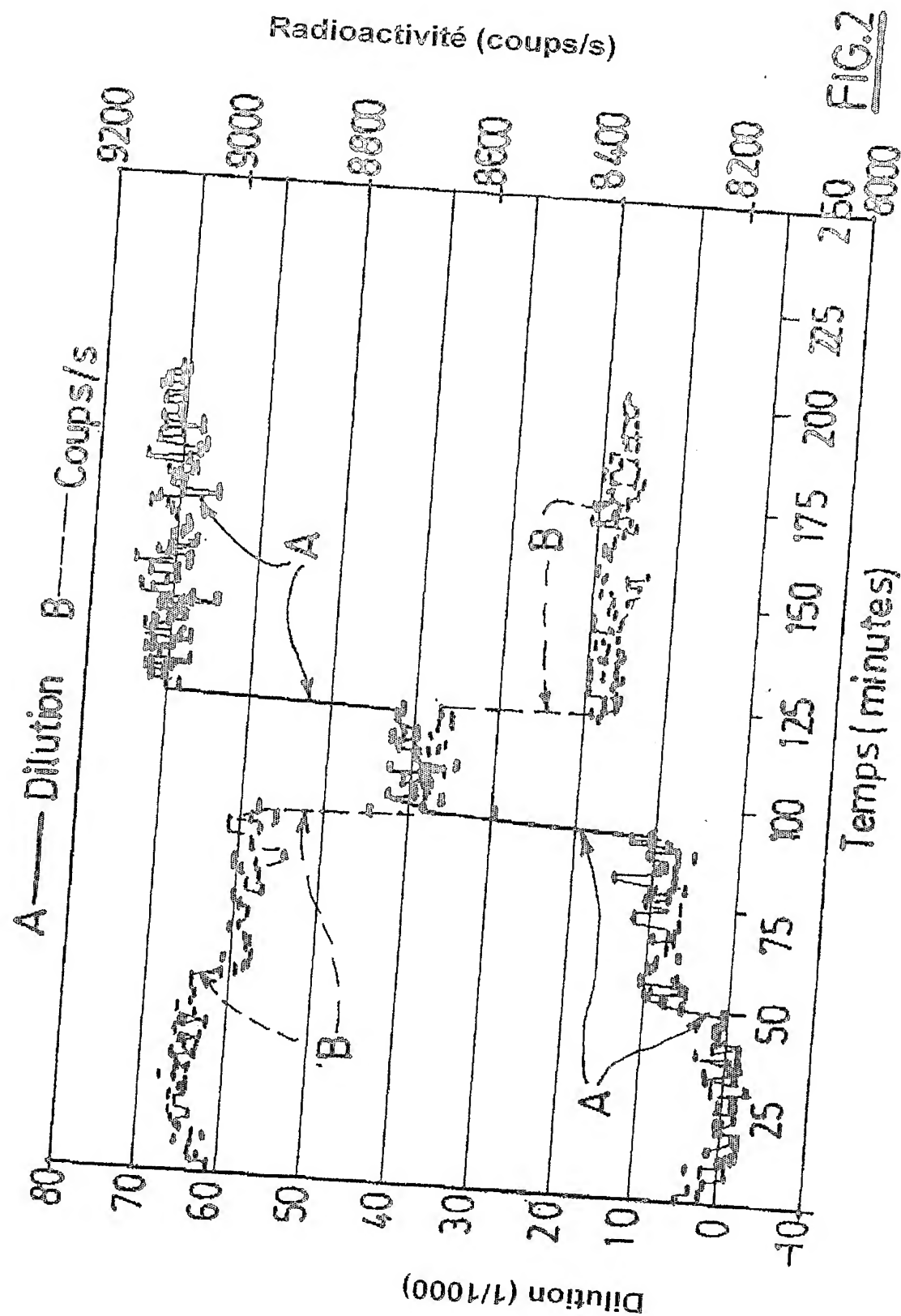
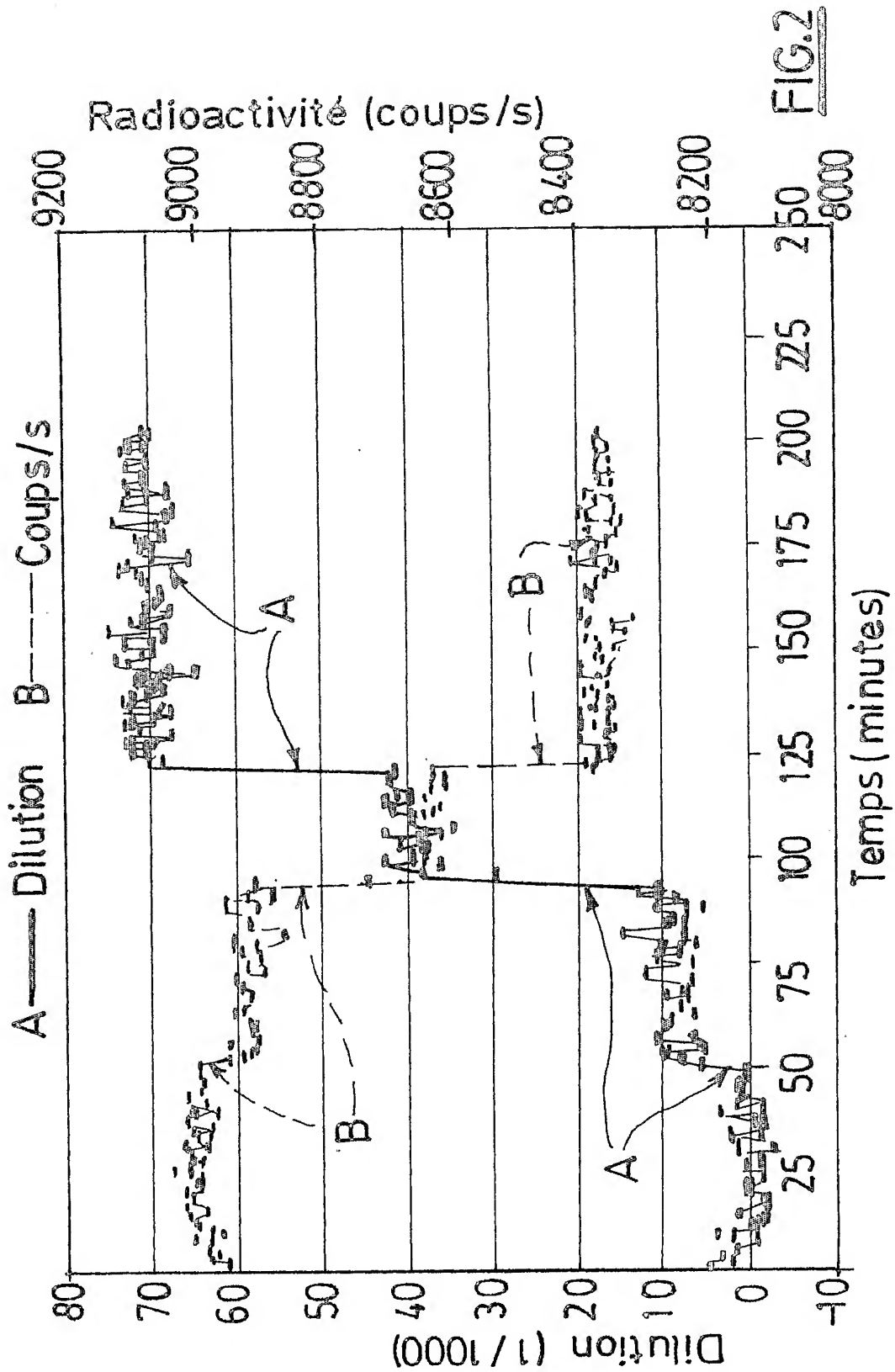


FIG. 2

2/2





DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

## BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235\*03

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1../1..

(À fournir dans le cas où les demandeurs et  
les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 @ W / 270601

Vos références pour ce dossier (facultatif)		37 246/ 1511/BP/DM
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		03 15 260
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum) Procédé et dispositif de suivi de la dilution de l'huile lubrifiante par le carburant dans un moteur à combustion interne.		
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b> <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>(1) SOCIÉTÉ ANONYME DITE TOTAL FRANCE TOUR TOTAL 24, Cours Michelet 92800 PUTEAUX FRANCE</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>(2) SOCIÉTÉ DITE DELTA SERVICES INDUSTRIELS Sprl 54, Résidence des Moltes B7503 FROYENNES BELGIQUE</p> </div> </div>		
<b>DESIGNÉ(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b>		
Nom		DEQUENNE
Prénoms		Bernard
Adresse	Rue	18, Rue Soeur Bouvier
	Code postal et ville	69005 LYON FRANCE
Société d'appartenance (facultatif)		
Nom		
Prénoms		
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance (facultatif)		
Nom		
Prénoms		
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	
Société d'appartenance (facultatif)		
S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.		
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)		
23 Décembre 2003.		 Jean-Pierre JOLLY C.P.I N° 92.1122

PCT/FR2004/003276

